

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-96103

(P2001-96103A)

(43)公開日 平成13年4月10日(2001.4.10)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード*(参考)
B 0 1 D 11/00		B 0 1 D 11/00	3 J 0 4 6
B 0 1 J 3/00		B 0 1 J 3/00	A 4 D 0 5 6
	3/02	3/02	A
	3/03	3/03	A
F 1 6 J 12/00		F 1 6 J 12/00	Z
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 8 頁)			

(21)出願番号 特願平11-276565

(22)出願日 平成11年9月29日(1999.9.29)

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(72)発明者 上原 一浩

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号

株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 坂下 由彦

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号

株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(74)代理人 100061745

弁理士 安田 敏雄

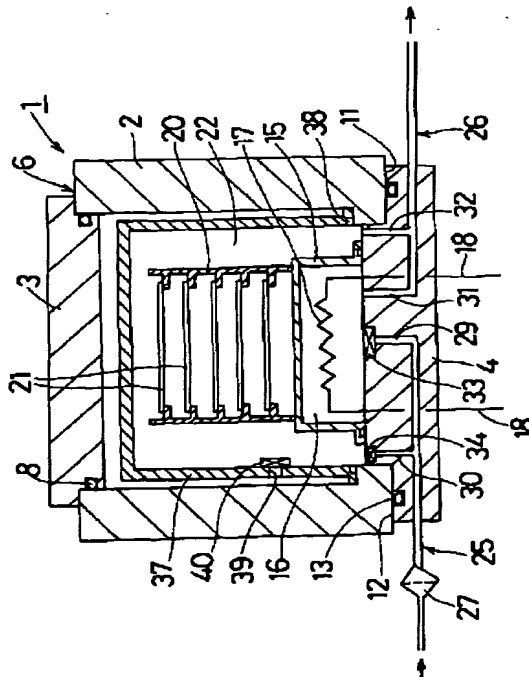
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 加圧処理装置

(57)【要約】

【課題】 パーティクルフリーの処理が可能な加圧処理装置を提供する。また、生産性向上に不可欠な、温度制御精度や温度制御応答性を向上させることができる加圧処理装置を提供する。

【解決手段】 圧力容器は、一端が閉塞されたシリンダとシリンダの他端開口を塞ぐ蓋体とを備え、蓋体をシリンダに対して該シリンダの軸方向に押圧する押圧手段が設けられ、シリンダの開口端面と、シリンダの開口端面に対向する蓋体の対向端面との間にシール部材が設けられている。また、圧力容器内に、被処理体を収納する隔壁が設けられ、圧力容器内に流入する流体の大部分が隔壁内に流入するように、圧力容器への流体導入通路が設けられている。また、被処理体と圧力容器との間に断熱材からなる隔壁が設けられ、該隔壁の流体の流入してくる側に、超微粒子を補足するフィルタが設置されている。



を置。  
 5、S  
 の低い  
 の合わ  
 記載の  
 である  
 。

、被  
 接触  
 ので

イク  
 って  
 され  
 層  
 金  
 膜）  
 スな  
 少な  
 が行  
 開示

法と  
 乾燥  
 開示  
 臨界  
 度は  
 気体  
 湿润  
 の溶  
 力  
 臨界  
 を

超臨  
 きて  
 器内  
 の密  
 きせ  
 と

れも被処理体を圧力容器に取り入れ、取り出しする場合において必ずシール部材が容器内面と擦れるためシール部材からの損耗による微粒子が発生する。集積回路の誘電体層を超臨界乾燥する場合には、ごみなどの不要な微粒子が存在しないこといわゆるパーティクルフリーが集積回路の正常な動作のための必要不可欠な条件となるが、従来ではパーティクルフリーを実現することは困難であった。

【0006】また、集積回路など半導体産業において特に生産性が極めて重要であるが、従来の技術では生産性向上に不可欠な、温度制御精度や温度制御反応性それぞれの向上が困難であった。従って、被処理体を、超臨界ガス、亜臨界ガス又は液化ガスと接触させて処理するようにした、従来の超臨界抽出槽等の加圧処理装置では、パーティクルフリーという点について配慮されておらず、集積回路など極めて清浄な雰囲気での処理が必要な場合に対応できないという問題があった。

【0007】本発明は上記問題点に鑑み、パーティクルフリーの処理が可能な超臨界ガス抽出装置または液化ガス抽出装置等の加圧処理装置を提供することにある。また、生産性向上に不可欠な温度制御精度や温度制御応答性を向上させることができる超臨界ガス抽出装置または液化ガス抽出装置等の加圧処理装置を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】この技術的課題を解決する本発明の技術的手段は、圧力容器1内で、被処理体21を、超臨界流体、亜臨界流体又は液化ガスと接触させて処理するようにした加圧処理装置において、圧力容器1は、一端が閉塞されたシリンダ6とシリンダ6の他端開口を塞ぐ蓋体4とを備え、蓋体4をシリンダ6に対して該シリンダ6の軸方向に押圧する押圧手段が設けられ、シリンダ6の開口端面と、シリンダ6の開口端面11に対向する蓋体4の対向端面12との間にシール部材13が設けられている点にある。

【0009】本発明の他の技術的手段は、圧力容器1内に、気密な空間を形成するように隔壁15が設けられ、該隔壁15により形成した気密な空間内に、加熱手段17が設けられている点にある。本発明の他の技術的手段は、圧力容器1への流体導入通路25と流体排出通路26とが、前記隔壁15の内側及び外側にそれぞれ連通するように、個別に設けられている点にある。本発明の他の技術的手段は、圧力容器1への流体導入通路25の途中に超微粒子を補足するフィルタ27が設けられている点にある。

【0010】本発明の他の技術的手段は、圧力容器1の内側に、断熱層37が、この断熱層37の内外を気密に隔絶するように設けられ、断熱層37の内外を連通する連通通路39が設けられ、この連通通路39の途中に、超微粒子を補足するフィルタ40が設けられている点に

ある。本発明の他の技術的手段は、圧力容器1内で、被処理体21を、超臨界流体、亜臨界流体又は液化ガスと接触させて処理するようにした加圧処理装置において、圧力容器1内に、被処理体21を収納する隔壁48が設けられ、圧力容器1内に流入する流体の大部分が隔壁48内に流入するように、圧力容器1への流体導入通路51が設けられている点にある。

【0011】本発明の他の技術的手段は、圧力容器1への流体導入通路51の途中に、超微粒子を補足するフィルタ60が設けられている点にある。本発明の他の技術的手段は、圧力容器1内で、被処理体21を、超臨界流体、亜臨界流体又は液化ガスと接触させて処理するようにした加圧処理装置において、被処理体21と圧力容器1との間に断熱材からなる隔壁69が設けられ、該隔壁69の流体の流入してくる側に、超微粒子を補足するフィルタ71が設置されている点にある。

【0012】本発明の他の技術的手段は、前記隔壁69が、石英、SiC、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などのセラミックス、熱伝導率の低い金属のうち少なくとも1種、或いは前記材料の組み合わせで構成されている点にある。本発明の他の技術的手段は、前記フィルタ71が、金属製である点にある。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基づき説明する。図1は、加圧処理装置である超臨界ガス抽出装置の容器断面構造図を示している。図1において、圧力容器1は、容器円筒2と上蓋3と下蓋4とにより処理空間を形成している。圧力容器1の内部は、超臨界処理のため高圧雰囲気に保たれている。圧力容器1の内圧を保持するために、上蓋3はボルト（図示していない）で容器円筒2と固定され、通常運転では容器円筒2と上蓋3とを固定したまま使用される。これにより、容器円筒2と上蓋3とで一端が開口したシリンダ6が構成されている。従って、圧力容器1は、一端が閉塞されたシリンダ6と該シリンダ6の他端開口を塞ぐ蓋体（下蓋）4とを備える。ただし、メンテナンス時には上蓋3を容器円筒2から着脱することができる。圧力容器1の内圧をシールするために、上蓋3と容器円筒2との間に軸シール8が設けられている。

【0014】図示省略しているが、下蓋（蓋体）4をシリンダ6に対して該シリンダ6の軸方向に押圧する押圧手段が設けられている。また、容器円筒2の下端面（即ち、シリンダ6の開口端面）11と、下蓋4の上端面（即ち、シリンダ6の開口端面に対向する蓋体4の対向端面）12との間にシール部材13が設けられ、下蓋4はその上面12が容器円筒2の下端面11に対してシール部材13を介して押圧されている。上記押圧手段は、図示していないが、通常運転では上蓋3と容器円筒2とで構成されるシリンダ6を固定した状態で、下蓋4を上下に昇降するか、もしくは下蓋4を固定した状態で、シリ

シリンダ6を上下方向に昇降するかのいずれかであればよい。

【0015】この場合、いずれにしても下蓋4と容器円筒2の間のシール部材13は運転ごとに圧力容器2と摺動することがないため、シール部材13の摩耗がなくシール部材13の摩耗に伴う微粒子が発生することがない。圧力容器1内に、気密な空間を形成するように隔壁15が設けられ、この隔壁15は下蓋4の上面に気密に取付けられ、該隔壁15により形成した気密な空間がヒータ格納室16とされ、このヒータ格納室16に加熱手段である電気加熱ヒータ17が設けられている。この電気加熱ヒータ17への電力供給は下蓋4を気密に貫通するヒータ電極18を通じて行われるようになっている。

【0016】例えば隔壁15上に、ポート容器20が載置固定されている。ポート容器20にウエハ等の薄い円盤状の被処理体21が複数段に設置され、圧力容器1内の隔壁15外方が処理室22とされている。処理室22の被処理体21の近傍に雰囲気温度測定のための温度計（図示省略）が設けられ、温度計により測定した温度に基づいて処理室22内の雰囲気温度が所望の温度になるように電気加熱ヒータ17を制御するようになっている。この場合、圧力容器1内に加熱手段である電気加熱ヒータ17が設けられているため、被処理体21の近傍の雰囲気温度制御が精度よく行えると共に、制御応答性も優れる。そのため、的確な処理が可能となり、生産性の向上が可能となる。

【0017】電気加熱ヒータ17の構成部材は表面から発塵などないような材料が選ばれるが、もしも微粒子が発生しても隔壁15により微粒子の処理室22への進入を防ぐことができる。25は流体導入通路、26は流体排出通路で、流体導入通路25により外部から超臨界流体（ガス）を圧力容器1内に導入し、流体排出通路26により超臨界流体（ガス）を圧力容器1内から外部に排出するようになっている。流体導入通路25の途中に、超微粒子を補足するフィルタ27が設けられ、超臨界流体の内部の微粒子が圧力容器1内に入るのを未然に防ぐことができるようになっている。

【0018】隔壁15はシールにより処理室22とヒータ格納室16とを気密に隔離しているため、隔壁15内外の圧力差で隔壁15が破損しないように、圧力容器1へのガス導入通路25に、隔壁15の内側及び外側に個別に連通する連通通路29、30がそれぞれ設けられている。また、流体排出通路26に、隔壁15の内側および外側から個別に連通する連通通路31、32がそれぞれ設けられている。これにより、圧力容器1への流体導入通路25と流体排出通路26とが、外部から圧力容器1内の隔壁15の内側及び外側にそれぞれ個別に連通するようになっている。

【0019】流体導入通路25の連通通路29、30の圧力容器1側ポートには、超微粒子を補足するフィルタ

33、34が設けられている。これにより、超臨界流体内部の微粒子が処理室22内に入ることを2重に防ぐことができるようになっている。圧力容器1の内側に断熱層37が設けられている。この断熱層37はできるだけ気密質な材料で構成され、特に断熱層37も超微粒子の発生源になる可能性があるため、少なくとも断熱層37の最内面の材料は気密質な材料が採用され、これにより断熱層37からの超微粒子も断熱層37の内側に侵入しないようにしている。

【0020】断熱層37は圧力容器1の容器円筒2に一体的に取付けられているが、その取付面には気密シール38が設けられ、断熱層37が、断熱層37の内外を気密に隔絶するようになっている。前記隔壁15の場合と同様に断熱層37の内外の圧力差で断熱層37が破損しないように、断熱層37の内外を連通する連通通路39が設けられ、連通通路39の最内面側の途中に超微粒子を補足するフィルタ40が設けられている。断熱層37を設けることにより容器円筒2などの圧力容器1の不要な加熱を行うことなく、電気加熱ヒータ17の投入電力の節減が計られる。さらに、被処理体21の近傍の雰囲気温度制御が精度よく行えると共に、制御応答性も優れ、的確な処理が可能となり、生産性の向上が可能となる。

【0021】なお、前記実施の形態では、容器円筒2と上蓋3とで一端が開いたシリンダ6を構成し、該シリンダ6の他端開口を塞ぐ蓋体を下蓋4で構成しているが、これに代え、容器円筒2と下蓋4とで一端が開いたシリンダを構成し、該シリンダ6の他端開口を塞ぐ蓋体を上蓋3で構成するようにしてもよく、この場合、容器円筒2の上端面（即ち、シリンダの開口端面）と、上蓋3の下面（即ち、シリンダの開口端面に対向する上蓋3の対向端面）との間にシール部材13を設けるようにすればよい。また、シリンダ6は縦向きに代えて、横向きのもの等であっても良い。

【0022】図2は他の実施の形態を示し、前記図1の実施の形態の場合と同様に、圧力容器1は、容器円筒2と上蓋3と下蓋4とにより処理空間を形成している。圧力容器1の内部は、超臨界処理のため高圧雰囲気に保たれている。圧力容器1の内圧を保持するために、上蓋3はボルト（図示されていない）で容器円筒2と固定され、通常運転では容器円筒2と上蓋3とを固定したまま使用する。これにより、容器円筒2と上蓋3とで一端が開いたシリンダ6が構成されている。従って、圧力容器1は、一端が閉塞されたシリンダ6と該シリンダ6の他端開口を塞ぐ蓋体（下蓋）4とを備える。ただし、メンテナンス時には上蓋3を容器円筒2から着脱することができる。圧力容器1の内圧をシールするために、上蓋3と容器円筒2との間に軸シール45が設けられている。

【0023】図示省略しているが、下蓋（蓋体）4をシ

リング6に対して該シリング6の軸方向に押圧する押圧手段が設けられている。ポート容器20は下蓋4上に載置され、ウエハ等の被処理体21は、ポート容器20にセットされている。そして、容器円筒2の下端面と、下蓋4の上面との間にシール部材45が設けられている。ポート容器20及び被処理体21は、さらに上面が閉じた円筒状の隔壁48で囲まれている。隔壁48は下蓋4に載置され、隔壁48内に処理室49を形成している。

【0024】圧力容器1への流体導入通路51が上蓋3を貫通するように設けられ、この流体導入通路51の途中に流体を加熱する加熱ヒータ52が設けられており、流体導入通路51の流体は超臨界状態となって上蓋3から圧力容器1の処理空間内に導入されている。流体導入通路51は、圧力容器1の処理空間内で主導入路54と副導入路55に分岐しており、主導入路54は、隔壁48の上壁部を貫通して隔壁48内の処理室49に連通されており、主導入路54から隔壁48内の処理室49に流体が導入される。副導入路55は圧力容器1内の隔壁48外部で終端し、圧力容器1の処理室49に流入する流体の一部を隔壁48外にも流入するようになっている。従って、圧力容器1内に、被処理体21を収納する隔壁48が設けられ、圧力容器1内に流入する流体の大部分が隔壁48内に流入するように、圧力容器1への流体導入通路51が設けられているのである。

【0025】圧力容器1への流体排出通路57が下蓋4を貫通するように設けられている。この流体排出通路57は、下蓋4部分で主排出路58と副排出路59とに分岐しており、隔壁48内外の流体がそれぞれ処理空間から外部に排出可能になっている。前記流体導入通路51の途中の圧力容器1側ポートには超微粒子を補足するフィルタ60が設けられており、流体内部の微粒子が圧力容器1の処理室49内に入ることを防ぐことができるようになっている。

【0026】図3は他の実施の形態を示し、前記図1又は図2の実施の形態の場合と同様に、圧力容器1は、容器円筒2と上蓋3と下蓋4とにより処理空間を形成している。圧力容器1の内部は、超臨界処理のため高圧雰囲気中に保たれている。圧力容器1の内部には、ウエハ等の薄い円盤状の被処理体21を設置するためのポート容器20が下蓋4上に載置固定されている。このポート容器20は前記実施の形態の場合と同様の構成であって、例えば石英、或いはSiC等の材料で作成されている。ウエハ等の被処理体21は、ポート容器20にセットされている。

【0027】圧力容器1の内圧を保持するために、上蓋3及び下蓋4を容器円筒2に対して軸方向に押圧する押圧手段が設けられている。そして、容器円筒2の上端部内周面と上蓋3の下部外周面との間にシール部材61が設けられると共に、容器円筒2の下端面と下蓋4の上面との間にシール部材62が設けられている。前記シール

部材61、62は、例えばOリング、Uパッキン、Vパッキン等が使用可能である。圧力容器1内に高圧流体（超臨界流体、亜臨界流体）を流すための流体導入通路（配管）64が、上蓋3に接続され、流体導入通路64の途中には超臨界状態にするために流体を加熱する加熱手段である加熱ヒータ65が設置されている。また、下蓋4には、流体を流出するための流体排出通路（配管）66が設置されている。

【0028】被処理体21と圧力容器1との間には雰囲気気を隔離するための隔壁69が設置されている。この隔壁69は、流体導入通路64を通して流入される超臨界（或いは亜臨界）状態の流体の温度が低下しないために、石英、或いは熱伝導率の低いセラミックス、金属（例えばアルミナ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、SUSなど）などで構成されている。さらに、隔壁69の流体が流入する側（図3においては上方）には、ゴミなどを除去するためのフィルタ71が設置されている。フィルタ71は、超臨界（或いは亜臨界）状態とするための温度に耐え、かつ超臨界（或いは亜臨界）状態で安定な材料を選択する必要がある、金属製のものが望ましい。

【0029】前記図3の実施の形態では、上方（上蓋3）から流体を流入し、下方（下蓋4）に流出するようにしているが、これに代え、下方（下蓋4）から流体を流入し、上方（上蓋3）に流出するようにしてもよく、或いは圧力容器1の横から流体を流入し、反対側に流出することも可能である。これらの場合、前記フィルタ71は、下方から流入する場合は下側に、横方向から流入する場合には横側の流体流入口の近傍に設置すればよい。いずれにしても、パーティクル除去の観点から、流体の流れは一方向（上から下、或いは下から上、または横から反対側横）とした方がよい。

【0030】また、前記図3の実施の形態では、上から下への一方向の流体流れとしており、隔壁69の下部は下蓋4と気密には接続されていないため、図4に示すように、一方向の流体流れとなるように、流体流量などに気をつけ、更に構造物により（部分的にでも）流体が下から上に流れないように設計する必要がある。図5は前記図3の実施の形態の変形例を示し、前記図3の実施の形態におけるような流体流れに対する問題を大幅に軽減する方法を示すものである。即ち、図5の実施の形態では、下蓋4を、第一蓋部75と第二蓋部76とに分割した二重構造にし、第一蓋部75と第二蓋部76との間にシール部材77を介在している。隔壁69は第二蓋部76に気密に固定され、下蓋4の第一蓋部75に圧力容器1内の隔壁69内部に連通する第一流体排出通路79が設けられると共に、下蓋4の第二蓋部76には、圧力容器1内の隔壁69の外側に連通する第二流体排出通路80が設けられている。

【0031】従って、図6に示すように、流体導入通路64からフィルタ71を通過して隔壁69内に入った流体

は、第一流体排出通路79のみを通して外部に排出され、流体導入通路64を通して圧力容器1の隔壁69の外側に入った流体は第二排出通路80のみを通して外部には排出されるため、圧力容器1内の被処理体21は、フィルタ71を通して流入してくる清浄な流体（パーティクルを含んでいない流体）のみに接することになる。なお、図5の実施の形態では、下蓋4を、第一蓋部75と第二蓋部76とに分割した二重構造にしているが、これに代え、下蓋4を分割せずに、隔壁69を蓋体4に気密に固定し、下蓋4に圧力容器1内の隔壁69内部に連

通する第一流体排出通路79と、圧力容器1内の隔壁69の外側に連通する第二流体排出路80とを設けるようにしてもよい。  
 【0032】なお、前記実施の形態では、本発明を、圧力容器1内で被処理体21を超臨界流体と接触させて処理するようにした加圧処理装置について適用実施した場合について説明したが、本発明はこれに限定されず、圧力容器1内で被処理体21を亜臨界流体又は液化ガスと接触させて処理するようにした加圧処理装置について適用実施するようにしてもよく、また被処理体21はウエ

ハに限らず他のものであってもよい。  
 【0033】

【発明の効果】本発明によれば、パーティクルフリーの処理が可能な加圧処理装置を提供することができる。また、生産性向上に不可欠な、温度制御精度や温度制御応答性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態を示す断面図である。

【図2】他の実施の形態を示す断面図である。

【図3】他の実施の形態を示す断面図である。

【図4】同流体の流れを示す断面図である。

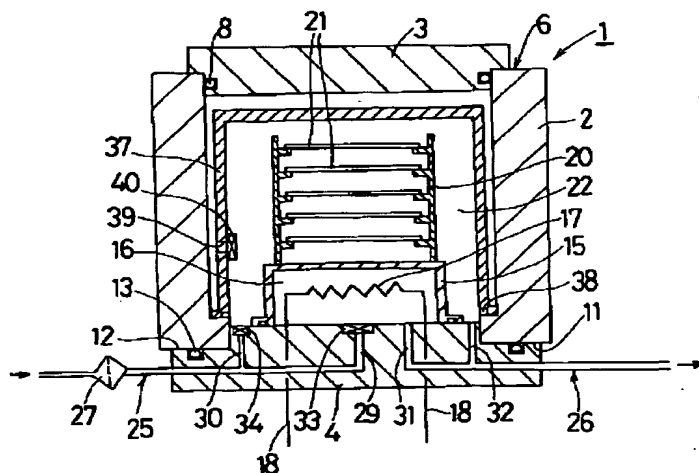
【図5】他の実施の形態を示す断面図である。

【図6】同流体の流れを示す断面図である。

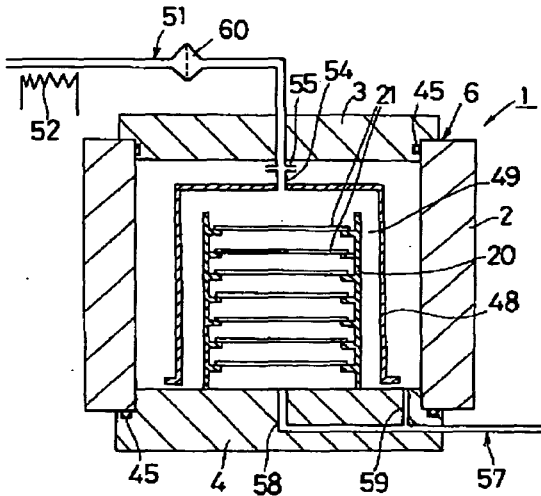
【符号の説明】

1	圧力容器
4	下蓋（蓋体）
5	シリンダ
13	シール部材
15	隔壁
17	電気加熱ヒータ
21	被処理体
25	流体導入通路
26	流体排出通路
27	フィルタ
39	連通通路
37	断熱層
40	フィルタ
48	隔壁
51	流体導入通路
60	フィルタ
64	流体導入通路
69	隔壁
71	フィルタ

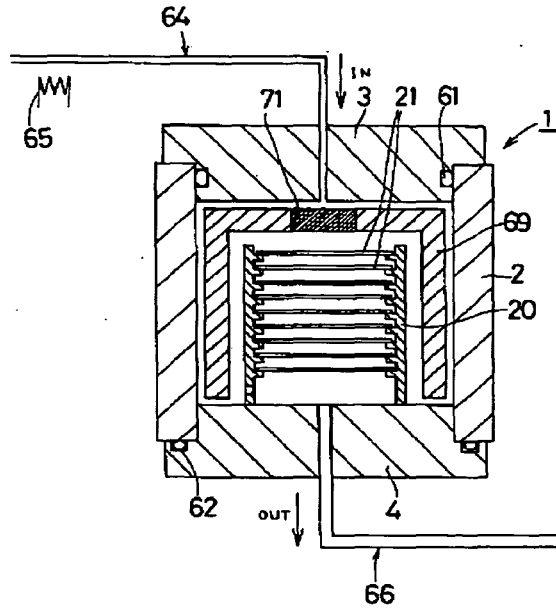
【図1】



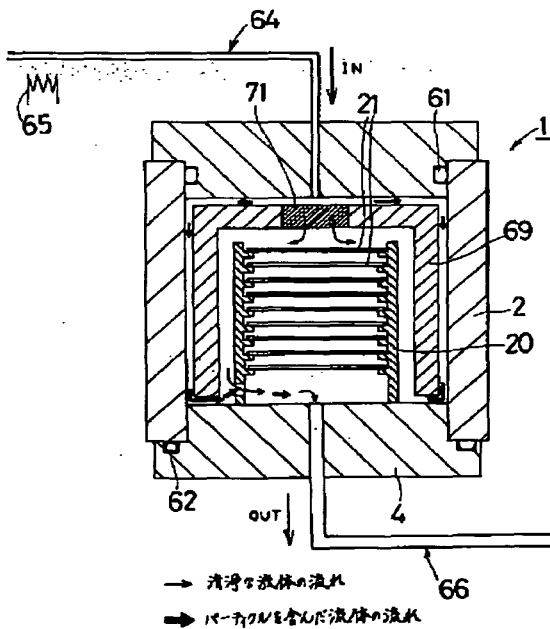
【図2】



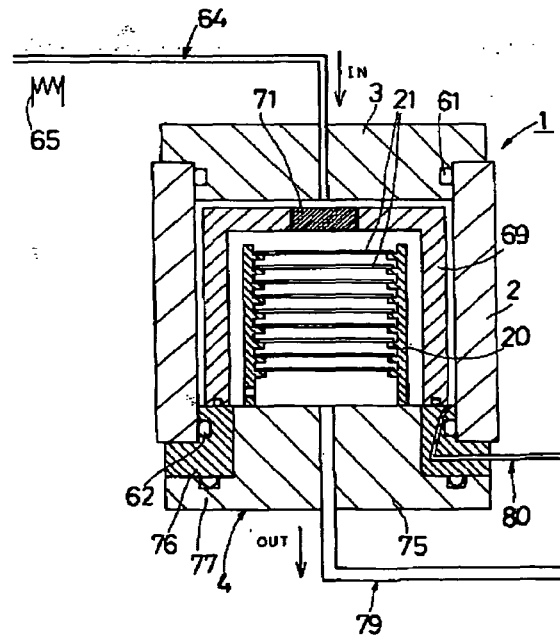
【図3】



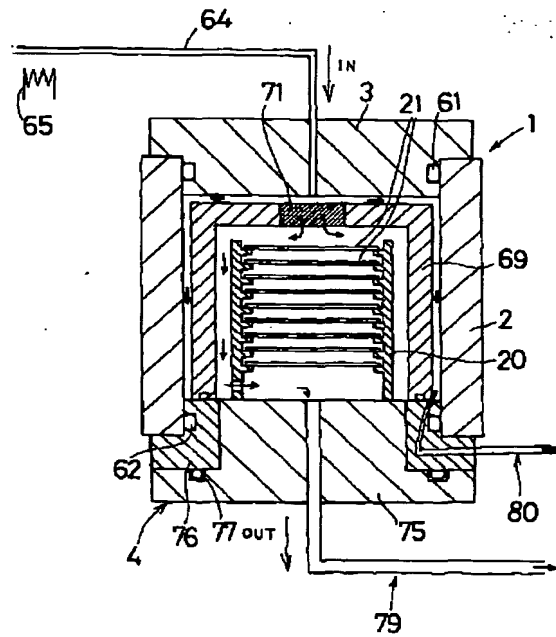
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 神田 剛  
 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号  
 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

Fターム(参考) 3J046 AA20 BA05 BC15 DA04  
 4D056 AB01 AC24 BA16 CA21 CA36  
 CA37 CA40